

TRANSLATION

Laid-open (KOKAI) Patent Publication No. 56-112449

Laid-open Date: September 4, 1981

Request for Examination: not yet made

Patent Application No. 55-14090

Application Date: February 6, 1980

Inventor : Osamu Kawamoto

Applicant : TDK CORPORATION  
13-1, NIHONBASHI 1-CHOME  
CHUO-KU, TOKYO

Title of the Invention: Method for Processing Amorphous Magnetic Alloy Material

Claim:

Method for processing amorphous magnetic alloy material, comprising applying or inducing a magnetic field to or in amorphous magnetic alloy material having the composition represented by the following formula while keeping the material at a lower temperature than the Curie temperature and crystallization temperature, and rotating the applied or induced magnetic field so that an induced magnetic anisotropy is made to be substantially isotropic, thereby obtaining amorphous magnetic alloy material having the composition represented by the following formula which has substantially no magnetic anisotropy and is isotropic,

Formula :  $M_p T_q (Zr_k Y_l)_r$

[where M represents at least one selected from Fe, Co and Ni, T at least one transition element other than those of iron group and Y at least one glass-forming element. And, p,q,r,k and l have the relationships,  $p + q + r = 100$  at%,  $k + l = 100$ %,  $0 \leq q \leq 10$  at%,  $5 \leq r \leq 30$  at %, and  $0 < k \leq 100$ % ].

BEST AVAILABLE COPY

⑨ 日本国特許庁 (JP) ⑩ 特許出願公開  
 ⑪ 公開特許公報 (A) 昭56-112449

⑫ Int. Cl.<sup>3</sup>  
 C 22 F 3/02  
 C 21 D 6/00

識別記号

厅内整理番号  
 7109-4K  
 7047-4K

⑬ 公開 昭和56年(1981)9月4日

発明の数 1  
 審査請求 未請求

(全 10 頁)

④ 非晶質磁性合金材料の処理方法

⑤ 特 願 昭55-14090  
 ⑥ 出 願 昭55(1980)2月6日  
 ⑦ 発明者 河本修  
 東京都中央区日本橋一丁目13番

1号東京電気化学工業株式会社  
 内  
 ⑧ 出願人 東京電気化学工業株式会社  
 東京都中央区日本橋1丁目13番  
 1号  
 ⑨ 代理人 弁理士 石井陽一

明細書

1. 発明の名称

非晶質磁性合金材料の処理方法

2.特許請求の範囲

下記式で示される組成を有する非晶質磁性合金材料に対し、キュリー点および結晶化温度より低い温度に保持した状態で、磁場を印加または誘起せしめ、しかも誘導磁気異方性が実質的に等方的となるように、当該印加または誘起される磁場を回転させ、下記式で示される組成を有し、しかも実質的に磁気異方性を有さず等方的である非晶質磁性合金材料を得ることを特徴とする非晶質磁性合金材料の処理方法。

$$M_p T_q (Zr_k Y_L)_r$$

[式中、MはFe、CoおよびNiから選択された1種以上であり、Tは鉄以外の遷移元素の1種以上であり、Yはガラス化元素の1種以上である。又、p、q、r、kおよびLは  $p+q+r=100\text{at\%}$ 、 $k+L=100\%$ 、 $0 \leq q$

$\leq 10\text{at\%}$ 、 $5 \leq r \leq 30\text{at\%}$ 、 $0 < k \leq 100$  %なる關係を有する。]

3. 発明の詳細な説明

本発明は非晶質磁性合金材料の処理方法に関するものである。

近年、新しいタイプの軟磁性材料として、非晶質合金が大きな注目を集め、活発な研究が行われている。

金属は、通常、固体状態においては原子が規則配列状態をとる結晶として存在しているものであるが、ある種の合金溶液を、例えば  $10^4 \sim 10^6 \text{ }^\circ\text{C/sec}$  という大きい速度で冷却凝固させた場合、固体状態でも格子状態に類似した原子配列をもつ非晶質の合金が得られる。この非晶質合金は、X線回折や電子線回折によつても、結晶構造を示すような回折は得られず、結晶質とは構造的に異なる長範囲規則性を持たない原子配列を有するものである。このような非晶質合金からなる磁性合金は、通常の結晶質とは異なり結晶磁気異

万性を有さず、又、保磁力( $H_c$ )が小さく、すぐれた軟磁性が期待され、しかも電気抵抗が大きく、硬度が高く、薄板加工等の加工性が良好で、製造方法も容易かつ安価である等の、様々な軟磁性材料としてのすぐれた特性と使用上の有利さをあわせ持つものである。

従来、このような非晶質磁性合金としては、族元素成分としてFe, Co, Niを含み、これにSi, B, C, P等のガラス化元素を含むものが知られている。これらはその組成に応じた特性を有し、その特性に応じた用途が考えられ、一部実用化されている。例えば、族元素としてFeを主成分とするFe系は、磁束は大きいが、飽和磁束密度(Bs)が大きく、メコストが安いという点から、トランジスタとしての用途に適している。又、族元素としてCoを主成分とするCo系は、Fe系よりもBsは低く、コストが高いが、磁束密度の組成が得られるので、磁気ヘッド用材料に適している。

未だ充分満足できる特性を得るには至っていない。

ところで、透磁率あるいは磁気損失は、その材質に対する処理の履歴によって変化することが知られている。

従来打られてきた非晶質磁性合金材料に対する処理法の一つとして、熱処理焼純がある。この熱処理焼純は、液相から固溶して非晶質磁性合金材料を得た後に施したものであり、熱処理としては、磁場中で、合金のキュリーポイント( $T_c$ )以上、結晶化温度( $T_{cry}$ )未満の温度に加熱保持した後冷却し、これにより、超急冷による薄板製造の際の内应力を除去するとともに、透磁率を高めるものである。しかし、この熱処理は、 $T_c > T_{cry}$ の合金に対しては施すことができないという欠点がある。この場合、特に、ガラス化元素としてZrを含む非晶質磁性合金材料においては、例えば高保磁力記録媒体に対する記録用磁気ヘッドに最低限必要とされる $B_s=10\text{KG}$ 以上の組成

しかし、このようなSi, B, C, P等の1種以上のガラス化元素を含んでなる従来の非晶質磁性合金は、その軟磁性特性が良好なものでは、結晶化温度が比較的低く、その特性が活かせず、あるいはそれに付随する欠点がある。

これに対し、最近、ガラス化元素として、Zrを単独、または他のガラス化元素を併用して含む非晶質磁性合金材料が提案されている。その代表的組成を挙げるならば、例えば $(\text{Co}_{0.8}\text{Ni}_{0.2})_{0.9}\text{Zr}_{1.0}$ や、 $(\text{Co}_{0.8}\text{Fe}_{0.2})_{0.9}\text{Zr}_{1.0}$ 等である。このようなZrをガラス化元素として含む非晶質磁性合金は、実用上満足しうるBsを持つ組成が得られ、又磁束密度の組成が得られ、しかも結晶化温度が従来のものと比べ格段と高く、上記のような欠点が改善されたものである。

しかし、このようなガラス化元素としてZrを含む非晶質磁性合金材料も、そのままの状態では、透磁率あるいは磁気損失の点では、

では $T_c > T_{cry}$ となつてしまい、高Bs材の透磁率向上のための技術とはなり得ないことになる。一方、Zr系の合金であつても $T_c < T_{cry}$ のものはあり、それは実用材料として使用可能なものではあるが、そのような材質について、このような熱処理焼純を施したこと、確かに透磁率は向上するものではあるが、熱処理後急冷したり、複雑な冷却温度コントロールを行つたりしなければならず、冷却時に内应力が生起し、このために初透磁率は、格段すぐれた値が得られるわけではない。

これに対し、超急冷法によつて得られた薄板を、磁場中で熱処理する技術が、特開昭51-73923号公報、同52-11421号公報等に開示されており、この磁場中の熱処理により、最大透磁率 $\mu_m$ が形成と向上する旨が記載されている。この場合、熱処理温度は結晶化温度以下であり、磁界は静磁外として一定の磁界軸方向のみから印加されている。このように、熱処理にあたり一定方向か

ら磁界を印加すれば、非晶質磁性合金導板中には磁界印加方向を容易にとする一極性の誘導磁気異方性が生起する。このようなとき、誘起された磁化容易軸に磁化は配向しやすく、このため残留磁束密度( $B_r$ )は大きくなる。そこで、このとき逆方向に磁界を印加すると、磁化と磁界的エネルギーを減少させるため、 $180^\circ$ 磁性的移動により、容易に磁化反転がおこり、保磁力( $H_c$ )は小さいものとなる。従つて、上記のごとく残留磁束密度( $B_r$ )は大きくなるので、静磁化特性としての最大透磁率 $\mu_{\max} = B_r / H_c$ が増大するのは当然のことである。しかし、Zr系の非晶質磁性合金材料に対しこのような磁場中熱処理を施し、磁気特性を測定したところ、交流下での透磁率は減少することが確認された。すなわち、 $10 - 15^\circ C$ 程度の磁場下の透磁率( $\mu_{\max}$ )、すなわち実効透磁率も大きくは増大しないのである。又、磁気損失もさして減少しない。

本発明はこのような実状に鑑みなされたも

転させることにある。

$$\text{式 } M_p T_q (Zr_k Y_L)_r$$

ここに、MはFe、CoおよびNiから選択された1種以上であり、Tは鉄族以外の遷移元素の1種以上であり、Yはカラス化元素の1種以上である。又、p、q、r、kおよびLは、 $p + q + r = 100 \pm 1\%$ 、 $k + L = 100\%$ 、 $0 \leq q \leq 10 \pm 1\%$ 、 $5 \leq r \leq 30 \pm 1\%$ 、 $0 < k \leq 100\%$ なる關係を有する。

本発明によれば、合金材料中には磁気異方性が局所的にも存在せず、それに伴い、磁性移動の制御保磁が減少し、磁場的にも異方性がなくなる結果、透磁率の切替現象をとりやすくなり、透磁率の切替特性値、特に初透磁率、実効透磁率の減少が阻止されるのみならず、逆に倍数と向上し、又その静的特性値も倍数と向上する。しかも磁気損失も倍数と減少するものである。又、磁束等級成や、高Bs組成の $T_c > T_{cry}$ のZr系合金についても本発明を適用することができ、そのときをわめて

のであつて、ガラス化元素としてZrを含む非晶質磁性合金材料に対し、その透磁率、すなわちその切替特性値が向上し、又その磁気損失を減少せしめることができ、Zr系材料を実用材料として使用し得るようにすることのできる処理方法を提供することを主たる目的とする。

本発明者は、このような目的につき試験研究を行つた結果、ガラス化元素としてZrを含む非晶質磁性合金材料に対し、所定の温度中熱処理を施して、合金材料中の誘導磁気異方性を実質的に等方的にしたとき、このような目的が実現することを見出し、本発明をなすに至つたものである。

すなわち本発明は、下記式で示される組成を有する非晶質磁性合金材料に対し、キュリ一点および結晶化温度より低い温度に保持した状態で、磁場を印加または誘起せしめ、しかも誘導磁気異方性が実質的に等方的になるよう、この印加または誘起される磁場を回

大きい透磁率の向上と磁気損失の減少を図ることができる。このため、磁束が小さく、高透磁率で高透磁率を有する等、磁気ヘッド用材料等の実用材料としてきわめてすぐれた特性を得ることができる。更に $T_c < T_{cry}$ のZr系合金についても、 $T_c$ 以下の比較的低温における加熱処理が可能となり、しかも加熱処理後の徐冷が可能となり、そのような場合にも透磁率、磁気損失を倍数と向上せしめることができる。

以下本発明の処理方法を詳細に説明する。

本発明を適用する非晶質磁性合金材料は、ガラス化元素として、Zrを単独または他のカラス化元素と併用して含むものであり、上記の式で示される組成を有するものである。

上式における各記号の示す意味は上述した通りであるが、少なくとも1種の鉄族以外の第1～第3遷移元素中の元素Tとしては、Nb、Mo、Ti、V、Cr、Aln、Cu、Zn、Ta、W、Au、Ag、Pd、Rh、Ru、等の1

種以上を、その代表的な例として挙げることができる。この場合、Tの原子比 $\alpha$ は、0~5~21%であることが好ましい。

一方、Yで扱わされる1種以上のガラス化元素としては、Si、B、P、C、Ge、Sn、Ga、In、Sb、Al等の1種以上を挙げることができ、特にSi、P、Bの1種以上であることが好ましい。この場合、この他のガラス化元素とMgとからなるガラス化成分中の他のガラス化元素比 $\alpha$ は、0%以上100%未満の範囲で広範囲の範囲の中から適宜選択することができるが、然れど、0~90%であることが好ましい。このような範囲においては、Tcが十分高く、高いTcに起因する利点を享受することができるからである。

なお、ガラス化成分の原子比 $\alpha$ としては、5~30~21%であるが、8~30~21%であることがより好ましい。このようなとき、合金の非晶質化度が良好となり、又Tcが十分大となるからである。そして、このとき、M

状、寸法等、又ロール等の冷却体の形状、寸法、材質等は公知の超急冷法における条件範囲の中から適宜決定すればよい。又、合金の構成に関しては、アルゴン等の不活性ガス中で行うか、あるいは不活性ガスを流入させながら行なうことが好ましいが、この液体の噴出は、不活性ガスあるいは空気のいずれの雰囲気に対して行つてもよい。

なお、このような非晶質性合金薄板は、上述のように一般に5~200μm、特に20~60μm程度の厚さであればよく、通常連続薄膜状であるが、その寸法は種々であつてもよい。

一方、後述する本発明の処理を施される非晶質性合金材料は、気相から超急冷され薄膜として形成されたものであつてもよい。気相から超急冷するには、種々の方法、例えばガラス、アルミナ、岩塩等の上に、スペツターリングにより非晶質性合金薄膜を形成すればよい。スペツターリングにおける諸条件は、公知の条件における中から適宜決定して

はFe、CoおよびNiの1~3種からなり、その組成比は種々の組成比であつてもよい。

このような組成からなる非晶質性合金材料は、幅あるいは厚さあるいは薄板であつてもよいが、通常は5~200μmの厚さを有する薄板である。

このような非晶質性合金材料は、対応する材料を、液相または気相から超急冷することによつて、実質的に非晶質の薄板、薄膜等として得られる。

液相から超急冷して非晶質性合金薄板を得るには、対応する粗粒の合金を溶融して粗粒となし、この粗粒を溶融状態からまね10<sup>4</sup>℃/sec以上、通常10<sup>4</sup>~10<sup>5</sup>℃/secの冷却速度で超急冷し、冷却凝固せることによればよい。溶融状態の合金薄板を超急冷するには、公知のメロール法、片ロール法、あるいはインサイドインジエクション法等種々の方式に従えばよい。従つて、合金の溶解条件、合金粗粒の噴出条件、噴出の際のノズルの形

用いればよい。これにより、基板上には、厚さ500Å~2μ程度の非晶質性合金薄膜が形成される。このようにして得られる薄膜は次の工程においてそのまま用いることができるが、場合によつては薄膜を基板から剥離して用いることもできる。

この後、このようにして得られた薄板または薄膜等を、そのヤニリ一点以下でしかも結晶化温度以下の温度に保持した状態で圧縮を印加し、あるいは研磨せしめ、しかもこの印加または研磨せしめられた圧縮を回転させ、研磨超音波性が実質的に再現的となるようにして、かかる後処理する。

この場合、このような圧縮中熱処理を施す非晶質性合金材料は、上に述べたようにして得られた長尺の連続薄板であつてもよく、又、所定長に切断され、あるいは所定形状とした薄板や薄膜であつてもよく、更には薄板から巻状に巻かれ、例えば巻頭心として形成した後の薄板であつてもよく、その被処理

時の形態は様々のものが可能である。

本発明におけるこのような磁場中熱処理の磁場としては、上に述べた方法によつて得られた薄板または薄膜状等の非晶質性合金の結晶化温度より低い温度に保持しなければならない。非晶質性合金としての吸磁性特性が失われてしまうためである。同時に、その保持温度は、キュリー点より低い温度でなければならない。キュリー点以上では自発磁化が発生せず、誘導磁気異方性が発生しないからである。一方、保持温度の下限としては、一例に100℃以上、より好ましくは150℃以上とすることが好ましい。

又、保持時間は、一般に500時間以内、好ましくは1分～500時間程度である。加熱方式としては、抵抗炉の電気炉中で行う他、高周波加熱や赤外線加熱を施したり、その他種々の方式が可能である。

このような温度保持の条件下で、薄板または薄膜には磁場を印加または誘起せしめる。

端、あるいはそれらの合成磁場の強度としては、一般に、磁性合金をその長手方向においてほぼ印加させる200Oe程度またはそれ以上を実効的に印加することがよい。ただ薄板の方向においてはこれ以下の磁場で飽和し、又その長手方向においては、薄板または薄膜の厚みや、その表面に存在する凹凸に基づく反磁界を考慮に入れると、或ね500Oe以上、より好ましくは1000Oe程度以上とすることが好ましい。

なお、磁場発生源としては、公知の電磁石、ヘルムホルツコイル、ソレノイドコイル、永久磁石等の外部磁界の1つまたは2つ以上を用いる他、薄板等に電流を通すことにより磁場を誘起せしめる等の方法が可能である。

本発明においては、上に述べた印加または誘起による磁場、あるいはそれらの合成磁場の、薄板または薄膜の面方向、すなわち薄板または薄膜の上面または下面と平行な面方向ににおける成分を、上述の加熱温度に実質的に

この場合、印加または誘起せしめる磁場は、その磁場強度が直線状である場合であつても又、父魂的に変化する場合であつてもよく、更には連続的に発生してもパルス的に発生するものであつてもよい。又、印加または誘起せしめる磁場は、その磁場発生数が2以上あり、その2以上の発生源からの合金磁場が非晶質性合金材料に印加または誘起せしめられるようにしてよい。一方、印加または誘起せしめる磁場、あるいはこれが2つ以上あるときにはその合成磁場は、後述する磁場の回転にあたり、薄板または薄膜の上面または下面の面方向とほぼ平行とすることが効果その他の点から一般的である。ただ、このような磁場はこの上面または下面における面方向成分を有すればよいので、磁場としては、これらに対し傾斜して印加してもよい。ただし、面方向と直角にしたときには、面方向成分が存在しないので、所定の効果を期待することはできない。又、誘起または印加せしめる磁

保持されている状態において、少なくとも180°回転させ、誘導磁気異方性を実質的に再万的にする。この回転は、磁場の面方向成分が全体で少なくとも1回転しさえすれば、磁界の面方向成分が一定方向のみに所定角ずつ連続的または間けつ回転する場合のみならず、正逆アトランタムに連続的または間けつ回転変化し、結果として少なくとも180°回転するような場合であつてもよい。すなわち、印加または誘起される磁場あるいはそれらの合成磁場が連続的または間けつ的に少なくとも半回転すれば、結果として誘導磁気異方性軸は連続的または間けつ的に1回転し、その回転の結果、誘導磁気異方性が再万的となり、このため、正逆アトランタムに回転させてもその目的は達せられるからである。ただ用いる装置の構成の簡易さという点では、一定方向に連続的または間けつ的に回転するように構成した方がよく、そのとき加熱保持中にかける上記180°を単位とする回転数としては、

1回以上ならどうであつてもよい。

なお、このような回転を連続的にではなく、間けつ的に行うには、磁場の保持時間に対し、磁場の回転移動時間を十分大とする必要がある。

このような磁場の回転を行うには、印加または印起せしめる磁場、あるいはこれらが2以上あるときにはその合成磁場を回転させてよく、又薄板等の材料を回転させてもよく、更には両者を回転させてよい。この場合、薄板等の面に対する印加磁場の入射角は、通常この回転に際し、一定に保持することになるが、場合によつては入射角を回転に際し連続的に変化させてよい。

このような磁場中加熱処理を施すには種々の方法によることができる。例えば、薄板を所定長あるいは所定形状となし、これに薄板面とはほぼ平行な磁場軸を有する外部磁場を印加しつつ、薄板を連続的または間けつ的、好ましくは連続的に回転したり、あるいは外部

磁場との合成磁場を回転させる方法によることもできる。

以上述べたようにして、加熱保持状態において磁場処理を行つた後、薄板または薄膜は冷却される。この冷却は磁場印加を停止した後行つてもよいが、上に述べた磁場中で行つことが好ましい。又、冷却速度としては種々実現可能であるが、一般に徐々することが好ましい。

なお、以上述べたような磁場中熱処理は真空中で行つても、又不活性ガス中で行つても、更には空気中で行つてもよい。又、処理を施す試料薄板または薄膜等の形状、寸法には種々変更が可能であるが、処理効率という点からは形状異万性の少ない形状、例えば円板形状あるいはきず心形状等とすることが好ましい。

以上述べた本発明の磁場中熱処理に用いる装置の好ましい1例が第1図に示される。第1図において非晶質磁性合金材料、すなわち

母場の磁場軸を連続的または間けつ的、好ましくは連続的に回転したり、更には両者を併用したりすることもできる。あるいは、通常直交する2つの外部磁場中を、長尺連続薄板を連続的に移動せしめ、その際2つの外部磁場の大きさを所定のごとく変えることによつて、2つの外部磁場の合成磁界の向きを好ましくは連続的に回転させる等の方法によつてもよい。又、薄板から巻組心を形成したのち、例えばきず心および外部磁場相反を回転させ、上記のようを回転を行つたり、例えばきず心に巻線を施し、同時にきず心に通電し、巻線またはきず心に通電する電流を変化させ、この巻線による印加磁場と通電によつて印起される磁場との合成磁場を回転させる等の方法によつてもよい。更には、薄板をきず心となし、きず心に巻線を施し、又巻線を施したきず心を外部磁場中に配置し、巻線通電電流と外部磁場との少なくとも一方を所定のごとく変化させ、巻線により発生する磁場と、外部

ちその巻線または薄板1は架台5上に設置される。架台5は、図示しないモーターにより、図矢印2方向に連続回転可能となされている。一方、架台5は電気炉4中に収納され、電気炉4により架台5上の非晶質磁性合金材料1は一定の温度に加熱保持可能となしてある。更に、電気炉4外部には電磁石の磁石21、23が配置され、非晶質磁性合金1の面方向に磁場印加可能となしてある。

このような構成において、電気炉4に通電し、非晶質磁性合金1を所定の磁場に加熱保持し、しかも架台5を矢印2方向に連続的に回転しつつ、所定時間電磁石21、23により磁場を印加する。この後、電気炉4を断となし冷却すれば、非晶質磁性合金中に印起される磁気異万性は、局所的にも拡散的となり、本発明所定の効果が実現することになる。

一方、第2図には別の例が示される。第2図においては、非晶質磁性合金材料として長尺の連続薄板15を用い、これに対し本

発明の処理を連続的に施している。この場合、ソレノイドコイル26と、ヘルムホルツコイル251, 252とが図示のように配置され、この両コイル26; 251, 252内には電気炉4が配置され、この電気炉4内を連続導板15が矢印印の方向に連続的に移送される。従つて、電気炉4内において、連続的に移送される導板15の面内印方向には、ヘルムホルツコイル251, 252により磁場 $H_1$ が、又面内長手方向には、ソレノイドコイルにより磁場 $H_2$ が、それぞれ連続的に印加されることになる。一方、この磁場 $H_1$ および磁場 $H_2$ は、それぞれのコイルへの通電電流 $i_1, i_2$ を例えば正弦波的に変化させ、しかも両者の位相を例えば $\pi/2$ 度ならしめることにより、それぞれ第4図に示されるような同周期で、しかも $\pi/2$ 位相の異なる正弦波状に変化する磁場として印加される。

このような構成において、電気炉4、ヘルムホルツコイル251, 252およびソレノイ

ドコイル26に通電し、連続導板15を矢印印の方向に連続的に移送すれば、導板15の所定部分は、電気炉4内を通過する際に所定のごとく加熱され、しかも第4図のように変化する磁場 $H_1, H_2$ の合成磁場は連続的に一定周期で回転しているので、連続回転するこの合成磁場が導板15の所定部分に連続的に印加されることになる。この様、導板15は電気炉4を通過した後冷却され、この結果、導板面内の時確磁気共万性は局所的にも等万的となり、本発明所定の効果が実現することになる。

第3図には、更に別の例が示される。第3図においては、非晶質磁性合金材料としては、やはり長尺の連続導板15を用い、これを例えば卷心として、その長手方向に例えば円盤状に巻き、この巻回された導板15に本発明の処理が施される。この場合、この円盤状に巻かれた導板15は、電磁石21, 23内に配置され、又この電磁石21, 23には正

弦波電流 $i_1$ が通電可能とされ、そのとき巻回された導板15には、例えば第4図に示されるような磁場 $H_1$ がその印方向、すなわち巻端と平行に印加される。他方巻回された導板15には、巻線3が巻設され、巻線3には、上記 $i_1$ と同周期で $\pi/2$ 位相の異なる正弦波電流 $i_2$ が通電可能とされ、そのとき導板15の長手方向には、第4図に示されるような磁場 $H_2$ が発生するようになる。

このような構成において、電気炉4に通電し、しかも電磁石21, 23には正弦波電流 $i_1$ を、又巻線3には正弦波電流 $i_2$ を通電すれば、巻回された導板15には、その長手方向に第4図の交換磁場 $H_2$ が、又その印方向に第4図の交換磁場 $H_1$ が印加され、 $H_1$ と $H_2$ の合成磁場は一定方向に一定周期で回転する。一定時間後電気炉4の通電を切り、冷却すれば、導板15中に誘起される磁気共万性は局所的にも等万的になり、本発明所定の効果が実現する。

以上詳述してきた本発明の処理を施された非晶質磁性合金材料は、実質的に磁気共万性を有しない等万的なものである。この場合、実質的に磁気共万性を有しない等万的なものであるとは、巨視的にみたときも、又微視的にみたときの $100\mu$ 程度の寸法内においても、実質的に等万的であるということである。従つて本発明における非晶質合金の導板を材料として、常法に従い、強屈性共鳴やトルク曲波の測定を行えば、巨視的に等万的であることから、外部磁場の角度によつて共鳴極の共鳴出界が実質的に不変であり、共鳴出界的角度依存性は非常に小であり、又微視的にも等万的であることから、共鳴波の半波幅は非常に小さくなつている。この場合、通常は、強屈性共鳴は、円板状の試料を強屈性共鳴キャビティ内にセットし、9.34GHzのマイクロ波を当て、又13000Gc程度の外部磁場を試料面内に印加し、磁場印加方向を面内で回転させて測定すればよく、このとき、共鳴出界

の角度依存性として、異方性磁界  $H_a$  と固有共鳴磁界  $H_0$  との比  $H_a/H_0$  を測定すれば、本発明の薄板材料では  $H_a/H_0$  は 10% 以下、特に 5% 以下程度の値が得られる。これに対し、急冷直後の薄板では  $H_a/H_0$  は概ね 20% 程度、又前記静磁場中での熱処理を施した場合には  $H_a/H_0$  は概ね 15% 程度である。又このとき共鳴線の半価巾  $\Delta H$  を  $H_0$  で規格化した値  $\Delta H/H_0$  は、本発明の処理を施した薄板材料では約 30% 程度以下であり、一方急冷直後および静磁場熱処理後の場合には、それぞれ概ね 50% 以上および 30~40% 程度である。又、トルク磁力計を用い、試料薄板の面内トルク曲線を測定し、回転角 0~180° 内に亘るビーグ数を観察したときには、明瞭なビーグは全く現われない。これに対し、急冷直後、無磁場中での熱処理後、あるいは静磁場中での熱処理後におけるそれぞれの場合には、その大小に差があるが、通常、明瞭なあるいは弱い 1 本のビーグが現われる。

り、20-mm の円板状に打抜いた。この打抜き円板に対し、第 1 図に示される装置を用い、本発明の処理を施した。すなわち、装置全体は  $10^{-1}$  Torr 真空下にあり、電磁石 2.1, 2.3 により 10 kOe の磁場を印加しつつ、円板状の薄板 1 を 10 rpm で 回転印 3 方向に連続的に回転した。一方、このような回転を行いつつ、電気炉 4 に通電し、薄板 1 を 350°C に加热保持し、この温度で 40 分間保持した後、電気炉 4 の通電を止め、真空中で回転磁場を印加しながら徐冷を行った。

このようにして得た本発明の円板状薄板（試料 A）に対し、トルク磁力計を用いたトルク曲線を測定したところ、明瞭なビーグは全く存在しなかつた。

次いで、このような処理を施した円板から、エッチングにより内径 5-mm、外径 15-mm のリングを得、このリング 30 枚を用い、層間焼結を行い積層した。この複層体に対し、保出力  $H_c$ 、残留曲率密度  $B_r$ 、および 1 kHz で

以上詳述してきた本発明によつて得られる非晶質磁性合金材料は、磁気ヘッド用、各種磁心用、あるいはその他の種々の用途に用いて、きわめてすぐれた特性を発揮する。

以下、本発明の実施例を掲げ、本発明を更に詳細に説明する。

#### 実施例 1

$(Co_{50}Ni_{40})_{90}Zr_{10}$  の組成となるよう各原料を秤量し、タンマン炉にて、アルゴンガス気流中で溶解した。この溶解した合金を石英管で吹上げ、急冷し合金を調整した。

次いで、この母合金を溶解後、 $10^{\circ}\text{C/sec}$  程度の冷却速度で急冷して、厚さ 30  $\mu\text{m}$ 、幅 3 mm の長尺の薄板を作成した。この薄板に対し X 線回折および電子線回折を行つたところ、結晶構造を示す回折像は全く検出されなかつた。又、この薄板の結晶化温度 ( $T_{\text{cry}}$ ) は 490°C、キュリー点 ( $T_c$ ) は 550°C であり、その  $B_s$  は 9.8 KG であつた。

次に、得られた薄板を超硬合金の金型によ

り、1.0 mOe 磁場下の突効透磁率  $\mu_e$  をそれぞれ測定した。結果を下記表 1 に示す。

これに対し比較のため、急冷直後の薄板（試料 B）につき、上記同様のリングを得、上記と全く同様にして  $H_c$ 、 $B_r$  および  $\mu_e$  を測定して、表 1 に示される結果を得た。

更に比較のため、上記急冷直後の薄板から上記同様のリングを得、これに巻線を施し、真空中でリング周方向に 20 Oe 磁場を印加しつつ、やはり 350°C、40 分間の熱処理を施し、その後徐冷した薄板（試料 C）につき、上記と全く同様にして、 $H_c$ 、 $B_r$  および  $\mu_e$  を測定したところ、表 1 に併記される結果を得た。なお、このようにして静磁場処理を施したリング（試料 C）につき、リングからエンチングにより 5-mm の円板を抜き、そのトルク曲線を測定したところ、明瞭な一相性の磁気異方性が観察された。

表 1

試料	処理	$\mu_e$	$H_c$ [mOe]	$B_r$ [KG]
A	本発明	15.000	28	3.5
B	—	1.500	80	1.2
C	静磁場	1.000	25	6.5

表1の結果から、本発明の処理を施した材料は、実効透磁率  $\mu_e$  が倍以上向上していることがわかる。

#### 実験例2

(Co<sub>50</sub>Fe<sub>40</sub>)<sub>90</sub>Zr<sub>10</sub>の組成の30μm厚の非晶質合金材料の長尺薄板を実施例1と同様に作成し、本発明の効果を確認した。なお、この合金の  $B_s$  は 15.7 KG、  $T_c$  は 380 °C、  $T_{cr}$  は 490 °C であった。

この場合、薄板から実施例1と同様に3種のリング状試料 (D-F) を得た。このうち試料Dは、加熱処理が 300 °C、60分間である他は、実施例1と全く同様に円板薄板に対する

本発明における一環として用いる装置の1例を示す概略図であり、第2図は、例えば第2図および第3図に示されるような装置を用いる場合、発生せしめる2つの外部磁場  $H_1$ 、  $H_2$  の磁場強度 ( $H$ ) の時間 (t) に対する変化の1例を示す図である。

1, 15 ----- 非晶質合金材料

代理人 石井博一

し本発明の処理を施したリング状に成したものであり、更に試料Dは、リング状に成った後、実施例1同様巻線を施し、200°Cの周方向磁場を印加しつつ、300°C、60分間の熱処理を施したものである。これら試料Dにつき、実施例1同様横槽体を形成し、磁気損失  $W$ 、  $\mu_e$ 、  $B_r$  および  $H_c$  を測定した。結果を下記表2に示す。

表 2

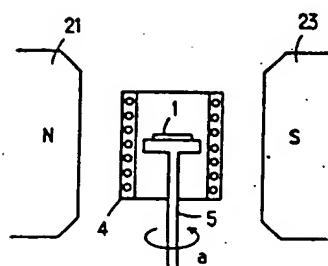
試料	処理	$W$ [mW/cm <sup>2</sup> ]	$\mu_e$	$H_c$ [mOe]	$B_r$ [KG]
D	本発明	$0.8 \times 10^{-2}$	4,000	45	8
E	—	$4.0 \times 10^{-2}$	1,000	100	2.1
F	静磁場	$2.0 \times 10^{-2}$	3,000	40	14.4

表2の結果から、磁気損失および  $\mu_e$  の点で、本発明の場合が最もすぐれていることがわかる。

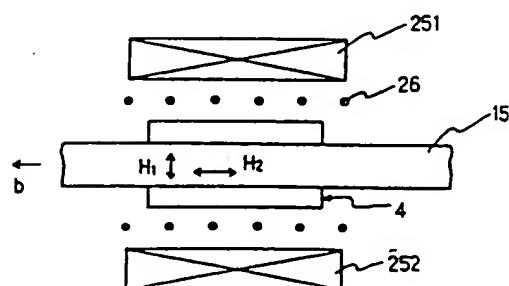
#### 4. 図面の簡単な説明

図1図、図2図および図3図は、それぞれ

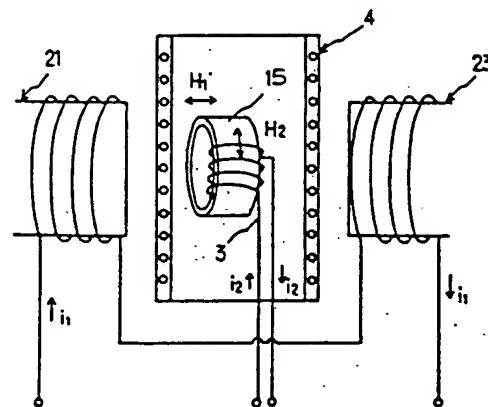
第1図



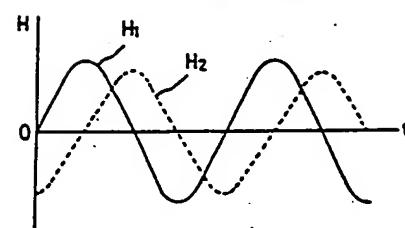
第2図



第3図



第4図



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.